

PATENT

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

In re application : ERIC BOUILLON, ET AL.
Application No. :
Filed : Herewith
For : MAKING A BLANK BY REINFORCING A FIBER STRUCTURE
AND/OR BONDING FIBER STRUCTURES TOGETHER, AND USE
IN MAKING COMPOSITE MATERIAL PARTS
Attorney's Docket : BDL-451XX

TC Art Unit:

I hereby certify that this correspondence is being deposited with the United States Postal Service as first class mail in an envelope addressed to: Mail Stop Patent Application, Commissioner for Patents, P.O. Box 1450, Alexandria, VA 22313-1450 on _____.

By _____

Charles L. Gagnebin III
Registration No. 25,467
Attorney for Applicant(s)

PRIORITY CLAIM UNDER RULE 55

Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

Sir:

The benefit of the filing date in France of a patent application corresponding to the above-identified application is hereby claimed under Rule 55 and 35 U.S.C. 119 in accordance with the Paris Convention for the Protection of Industrial Property. This benefit is claimed based upon a corresponding French patent application bearing serial no. 03 02614 filed March 4, 2003; a certified copy of which is attached hereto.

Respectfully submitted,

ERIC BOUILLON, ET AL.

By _____

Charles L. Gagnebin III
Registration No. 25,467
Attorney for Applicant(s)

WEINGARTEN, SCHURGIN,
GAGNEBIN & LEOVICI LLP
Ten Post Office Square
Boston, Massachusetts 02109
Telephone: (617) 542-2290
Telecopier: (617) 451-0313

Date: 2-25-4

CLG/mc/302434-1
Enclosure

Express Mail Number

EV 044750405 US

THIS PAGE BLANK (CONT.)



BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

30 JAN. 2004

Fait à Paris, le _____

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

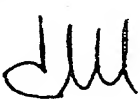
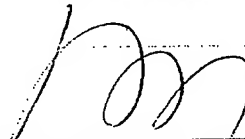
Martine PLANCHE

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE
26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23
www.inpi.fr

THIS FILE BLANK (USPTO

<p>REMISE DES PIÈCES</p> <p>DATE 4 MARS 2003</p> <p>LIEU 75 INPI PARIS</p> <p>N° D'ENREGISTREMENT 0302614</p> <p>NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI</p> <p>DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE 04 MARS 2003</p> <p>PAR L'INPI</p>		<p>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE</p> <p>CABINET BEAU DE LOMENIE 158, rue de l'Université 75340 PARIS CEDEX 07</p>	
<p>Vos références pour ce dossier H272700/658.JJJ (facultatif)</p>			
<p>Confirmation d'un dépôt par télécopie</p> <p><input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie</p>			
<p>2 NATURE DE LA DEMANDE</p> <p>Demande de brevet <input checked="" type="checkbox"/></p> <p>Demande de certificat d'utilité <input type="checkbox"/></p> <p>Demande divisionnaire <input type="checkbox"/></p> <p><i>Demande de brevet initiale</i> N° _____ Date _____</p> <p><i>ou demande de certificat d'utilité initiale</i> N° _____ Date _____</p> <p>Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i> <input type="checkbox"/> N° _____ Date _____</p>		<p>Cochez l'une des 4 cases suivantes</p>	
<p>3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</p> <p>"Réalisation d'une préforme par renforcement d'une structure fibreuse et/ou par liaison entre elles de structures fibreuses et application à la réalisation de pièces en matériau composite"</p>			
<p>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</p>		<p>Pays ou organisation _____ N° _____</p> <p>Date _____</p> <p>Pays ou organisation _____ N° _____</p> <p>Date _____</p> <p>Pays ou organisation _____ N° _____</p> <p>Date _____</p> <p><input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»</p>	
<p>5 DEMANDEUR (Cochez l'une des 2 cases)</p> <p><input checked="" type="checkbox"/> Personne morale <input type="checkbox"/> Personne physique</p>			
<p>Nom ou dénomination sociale</p> <p>Prénoms</p> <p>Forme juridique</p> <p>N° SIREN</p> <p>Code APE-NAF</p>		<p>SNECMA PROPULSION SOLIDE</p> <p>Société anonyme</p> <p>_____</p> <p>_____</p>	
<p>Domicile ou siège</p> <p>Rue</p> <p>Code postal et ville</p> <p>Pays</p>		<p>Les Cinq Chemins</p> <p>33187 LE HAILLAN</p> <p>FRANCE</p>	
<p>Nationalité</p> <p>N° de téléphone (facultatif)</p> <p>Adresse électronique (facultatif)</p>		<p>Française</p> <p>_____</p> <p>_____</p>	
<p><input type="checkbox"/> S'il y a plus d'un demandeur, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»</p>			

REMISE DES PIÈCES DATE 4 MARS 2003 LIEU 75 INPI PARIS N° D'ENREGISTREMENT 0302614 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		H272700/658.JJJ DB 540W / 210502	
6 MANDATAIRE (s'il y a lieu) Nom Prénom Cabinet ou Société N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel Adresse : Rue Code postal et ville Pays N° de téléphone (facultatif) N° de télécopie (facultatif) Adresse électronique (facultatif)		CABINET BEAU DE LOMENIE 158, rue de l'Université 75340 PARIS CEDEX 07 FRANCE 01 44 18 89 00 01 44 18 04 23	
7 INVENTEUR (S) Les demandeurs et les inventeurs sont les mêmes personnes		Les inventeurs sont nécessairement des personnes physiques <input type="checkbox"/> Oui <input checked="" type="checkbox"/> Non : Dans ce cas remplir le formulaire de Désignation d'inventeur(s)	
8 RAPPORT DE RECHERCHE Établissement immédiat ou établissement différé Paiement échelonné de la redevance (en deux versements)		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation) <input checked="" type="checkbox"/> Établissement immédiat <input type="checkbox"/> Établissement différé Uniquement pour les personnes physiques effectuant elles-mêmes leur propre dépôt <input type="checkbox"/> Oui <input type="checkbox"/> Non	
9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES		Uniquement pour les personnes physiques <input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition) <input type="checkbox"/> Obtenue antérieurement à ce dépôt pour cette invention (joindre une copie de la décision d'admission à l'assistance gratuite ou indiquer sa référence) : AG	
10 SÉQUENCES DE NUCLEOTIDES ET/OU D'ACIDES AMINÉS Le support électronique de données est joint La déclaration de conformité de la liste de séquences sur support papier avec le support électronique de données est jointe		<input type="checkbox"/> Cochez la case si la description contient une liste de séquences <input type="checkbox"/>	
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes			
11 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)		Jean-Jacques JOLY CPI n° 92.1123 	
		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI 	

5

Arrière-plan de l'invention

La présente invention concerne la réalisation d'ébauches fibreuses à partir d'une ou plusieurs structures fibreuses poreuses. Un domaine d'application de l'invention est plus particulièrement la réalisation d'ébauches fibreuses destinées à la fabrication de pièces en matériau composite, notamment de pièces en matériau composite thermostuctural.

Les matériaux composites thermostucturaux sont remarquables par leurs bonnes propriétés mécaniques et leur capacité à conserver ces propriétés à des températures élevées. Ils sont utilisés notamment pour constituer des pièces structurales dans les domaines aéronautique et spatial. Des exemples typiques de matériaux thermostucturaux sont les matériaux composites carbone/carbone (C/C) comportant un renfort fibreux en carbone densifié par une matrice en carbone, et les matériaux composites à matrice céramique (CMC). Les matériaux CMC comportent un renfort fibreux formé de fibres réfractaires (carbone ou céramique généralement) et densifié par une matrice céramique ou une matrice mixte carbone/céramique. Une couche d'interphase, par exemple en carbone pyrolytique (PyC) ou nitrure de bore (BN) peut être interposée entre fibres du renfort et matrice céramique pour améliorer le comportement mécanique du matériau.

La réalisation d'une pièce en matériau composite C/C ou CMC comprend normalement l'élaboration d'une préforme fibreuse destinée à constituer le renfort du matériau composite, et la densification de la préforme par une matrice carbone ou céramique, éventuellement après formation d'une couche d'interphase sur les fibres de la préforme.

La préforme est réalisée à partir de textures fibreuses mono- ou bidirectionnelles telles que fils, câbles, rubans, tissus, nappes unidirectionnelles, couches de feutre,... La mise en forme de la préforme comprend par exemple des étapes de bobinage, tissage, tressage, tricotage, drapage de strates.

La densification peut être réalisée par voie liquide, c'est-à-dire par imprégnation de la préforme par une composition liquide contenant un précurseur du matériau carbone ou céramique de la matrice. Le précurseur est typiquement une résine qui, après réticulation, est soumise à un traitement thermique de carbonisation ou céramisation.

La densification peut aussi être réalisée par voie gazeuse, c'est-à-dire par infiltration chimique en phase vapeur en utilisant une phase gazeuse réactionnelle contenant un ou plusieurs précurseurs de la matrice céramique. La phase gazeuse diffuse au sein de la porosité de la préforme fibreuse pour former, dans des conditions particulières de température et de pression, un dépôt de carbone ou de céramique sur les fibres par décomposition d'un constituant de la phase gazeuse ou par réaction entre plusieurs constituants.

Les processus ci-dessus d'élaboration de pièces en matériau composite C/C ou CMC sont bien connus en eux-mêmes.

Les propriétés mécaniques d'une pièce en matériau composite à renfort fibreux sont notamment dépendantes de la capacité de tenue du renfort fibreux sous différentes sollicitations.

Ainsi, lorsque le renfort fibreux est constitué par une préforme formée par empilement de strates bidimensionnelles, il peut être nécessaire d'assurer une bonne liaison des strates entre elles. Cette tenue du renfort en direction transversale par rapport aux strates (ou direction Z) peut être obtenue de façon bien connue par aiguilletage des strates superposées. Toutefois, l'aiguilletage peut être insuffisant ou difficile à pratiquer. En particulier, dans le cas par exemple de fibres en céramique, l'aiguilletage aura un effet destructeur sur les fibres d'où un affaiblissement de la tenue du renfort dans le plan des strates.

On connaît également des structures fibreuses multicouches dans lesquelles les liaisons entre les couches sont assurées par tissage ou tressage. Toutefois, une bonne tenue mécanique en direction Z requiert un taux de liage important entre couches, ce qui se traduit par une structure fibreuse rigide, peu apte à être mise en forme, même lorsque la mise en forme demande une déformation d'amplitude limitée.

Cet inconvénient se retrouve également dans le cas de structures fibreuses formées de strates liées entre elles par couture. De

plus, dans le cas de textures en fibres céramiques, l'utilisation d'un fil céramique pour coudre les strates est délicate.

Par ailleurs, dans le cas de pièces à fabriquer de forme complexe, il peut être difficile, voire impossible, de réaliser en une seule
5 pièce une préforme ayant une forme voisine de la pièce à fabriquer. Une solution connue consiste alors à réaliser la préforme par assemblage de plusieurs structures fibreuses de formes simples. Une liaison efficace entre les structures fibreuses doit alors être réalisée pour éviter une
10 détérioration de la pièce en matériau composite en service par décohésion de la préforme fibreuse de renfort.

Le document WO97/06948 décrit un procédé consistant à implanter des épingles rigides à travers une structure formée de strates fibreuses superposées préimprégnées par une résine ou à travers
15 plusieurs structures à assembler formées de strates fibreuses préimprégnées par une résine. Les épingles sont préalablement insérées dans un bloc de matériau compressible, tel qu'un élastomère. Le bloc de matériau compressible muni des épingles est amené sur une surface d'une structure formée de strates préimprégnées. Une énergie ultrasonore est
20 appliquée aux épingles tout en comprimant le bloc dans lequel elles sont insérées de sorte que les épingles sont transférées au sein de la structure formée de strates préimprégnées, de manière à renforcer une telle structure ou à la lier à une structure sous-jacente. Une pièce en matériau composite à matrice résine est ensuite obtenue par réticulation de la
résine.

25 Un tel procédé est limité à la fabrication de matériaux composites à matrice organique. Il est certes indiqué dans le document WO97/06948 que les épingles peuvent être insérées après réticulation de la résine. Toutefois, on comprend aisément que le procédé ne peut alors être mis en œuvre que sur des structures minces, sauf à utiliser des
30 épingles en matériau très rigide et résistant, notamment des épingles métalliques et/ou de diamètre relativement grand. Or, pour des pièces en matériau composite thermostuctural destinées à être exposées en service à des températures très élevées, l'utilisation d'épingles métalliques est indésirable, soit en raison de la moindre tenue du métal à ces
35 températures, soit en raison des dilatations différentielles entre le métal et les composants carbone ou céramique du matériau composite. En outre,

l'utilisation d'épingles de fort diamètre peut être indésirable en raison de l'hétérogénéité ainsi introduite dans la structure du matériau composite.

Il est aussi indiqué dans le document WO 97/06948 que les épingles peuvent être insérées dans des strates fibreuses sèches, c'est-à-dire non préimprégnées. Or, cela ne saurait suffire à conférer une tenue suffisante à un ensemble de strates fibreuses ou à plusieurs ensembles réunis, pour leur permettre d'être manipulés sans déformation. L'utilisation d'outillages est alors nécessaire pour conserver la forme voulue avant densification des strates fibreuses, ce qui peut être coûteux et difficile à réaliser notamment dans le cas où les pièces en matériau composite à réaliser sont de forme complexe.

Objet et résumé de l'invention

L'invention a pour but de proposer un procédé permettant de réaliser un renforcement d'une structure fibreuse ou une liaison entre plusieurs structures fibreuses sans présenter les inconvénients précités.

Selon un aspect de l'invention, celle-ci a pour objet un procédé de réalisation d'une ébauche fibreuse à partir d'au moins une structure fibreuse poreuse, procédé selon lequel :

on consolide la structure fibreuse poreuse par formation au sein de celle-ci d'un dépôt d'un matériau réfractaire réalisant une densification partielle de la structure fibreuse de manière à lier les fibres de la structure fibreuse entre elles pour permettre à la structure fibreuse d'être manipulée sans être déformée, tout en laissant libre la plus grande partie de la porosité initiale de la structure fibreuse, et on implante des épingles rigides à travers la structure poreuse consolidée.

Selon un autre aspect de l'invention, celle-ci a pour objet un procédé de réalisation d'une ébauche fibreuse par liaison entre elles de structures fibreuses poreuses afin d'obtenir une ébauche de forme désirée, procédé selon lequel :

on consolide chaque structure fibreuse poreuse par formation au sein de celle-ci d'un dépôt d'un matériau réalisant une densification partielle de la structure fibreuse de manière à lier les fibres de la structure fibreuse entre elles pour permettre à la structure fibreuse d'être manipulée sans être déformée, tout en laissant libre la plus grande partie de la porosité initiale de la structure fibreuse, on réunit les structures fibreuses

consolidées, et on relie celles-ci entre elles par implantation d'épingles en matériau rigide au travers des structures fibreuses consolidées réunies.

L'invention est remarquable en ce que l'implantation des épingles est réalisée au stade de structure fibreuse consolidée.

5 Il en résulte plusieurs avantages significatifs par rapport à une implantation réalisée sur des structures fibreuses sèches, ou préimprégnées par une résine ou déjà densifiées par une résine réticulée.

En effet, dans une structure fibreuse consolidée, les fibres sont liées entre elles, de sorte que l'implantation des aiguilles peut être réalisée
10 sans déformation de la structure fibreuse et sans qu'il soit nécessaire à cet effet de maintenir la structure fibreuse dans un outillage.

En outre, la structure fibreuse peut être consolidée après avoir été mise en forme. La densité d'implantation d'épingles peut alors être élevée puisque le problème de la capacité de déformation de la structure
15 renforcée ne se pose plus.

Dans le cas notamment de la réalisation d'ébauches de formes complexes, le processus industriel est simplifié. En effet, les ébauches peuvent être réalisées par assemblage de structures fibreuses de formes simples dont la consolidation préalable et séparée est aisée.

20 De plus, une structure fibreuse consolidée étant partiellement densifiée, un maintien en place des épingles est mieux assuré après leur implantation que dans une structure sèche dans laquelle les fibres restent libres.

De plus encore, la porosité restante d'une structure fibreuse consolidée étant importante, la présence d'un dépôt réalisant une densification partielle ne constitue pas un obstacle à la pénétration des épingles, même dans le cas d'une structure fibreuse de forte épaisseur. On peut donc utiliser des épingles de faible diamètre réalisées en des matériaux rigides divers compatibles avec l'utilisation envisagée pour
25 l'ébauche.
30

Avantageusement, la consolidation de la ou chaque structure fibreuse est réalisée en réduisant la porosité d'une quantité au plus égale à 40 % de sa valeur initiale, notamment en réduisant la porosité d'une quantité comprise entre 8 % et 40 % de sa valeur initiale.

35 Dans le cas où la ou chaque structure fibreuse utilisée a un taux volumique de porosité compris entre 50 % et 70 %, la consolidation est

par exemple réalisée pour réduire le taux volumique de porosité jusqu'à une valeur comprise entre 40 % et 60 %. Par taux volumique de porosité d'une structure fibreuse, on entend ici la fraction du volume apparent de la structure fibreuse occupée par la porosité.

- 5 - La consolidation de la ou chaque structure fibreuse est réalisée par formation d'un dépôt de matériau réfractaire, typiquement carbone et/ou céramique, notamment dans le cas où l'ébauche est destinée à être utilisée pour réaliser une pièce en matériau composite thermostuctural.

10 La consolidation peut alors être effectuée par infiltration chimique en phase vapeur. La consolidation par dépôt céramique peut éventuellement être réalisée après formation sur les fibres de la structure fibreuse d'une couche d'interphase entre fibres et dépôt céramique.

- 15 En variante, la consolidation peut être effectuée par imprégnation par une composition liquide contenant un précurseur de carbone ou céramique, et transformation du précurseur en carbone ou céramique, le précurseur pouvant être une résine.

On peut utiliser des épingles réalisées par densification et rigidification d'un fil ou câble par une matrice, par exemple un fil ou câble en carbone ou céramique densifié et rigidifié par une matrice organique.

- 20 On peut aussi utiliser des épingles réalisées sous forme de monofilaments rigides, par exemple des monofilaments à âme carbone munie d'un revêtement céramique pouvant être réalisés par dépôt chimique en phase vapeur, ou encore sous forme de baguettes en matériau composite thermostuctural tel que C/C ou CMC.

- 25 L'implantation des épingles peut être réalisée dans au moins deux directions différentes.

- 30 Selon encore un autre aspect, l'invention a pour objet un procédé de réalisation d'une pièce en matériau composite à renfort fibreux, selon lequel on réalise une ébauche ayant une forme correspondant à celle de la pièce à réaliser par un procédé tel que défini plus haut, et on réalise ensuite une densification de l'ébauche par dépôt d'une matrice au sein de la porosité restante de la ou chaque structure fibreuse consolidée.

Brève description des dessins

L'invention sera mieux comprise à la lecture de la description faite ci-après, à titre indicatif mais non limitatif, en référence aux dessins annexés sur lesquels :

- 5 - la figure 1 est une vue très schématique illustrant le renforcement d'une structure fibreuse selon un premier mode de mise en oeuvre de l'invention ;
- la figure 2 montre très schématiquement une variante de réalisation du procédé de la figure 1 ;
- 10 - la figure 3 est une vue très schématique illustrant la liaison de structures fibreuses selon un deuxième mode de mise en oeuvre de l'invention ; et
- la figure 4 est une photographie montrant une ébauche fibreuse consolidée dans laquelle des épingles ont été implantées
- 15 conformément à l'invention.

Description détaillée de modes de réalisation de l'invention

L'invention peut être appliquée à différentes structures fibreuses poreuses.

- 20 Il s'agit de textures fibreuses tridimensionnelles qui peuvent être notamment :

- des structures formées au moins en partie par superposition de textures fibreuses bidimensionnelles telles : que des strates de tissu, tricot ou tresses à plat, des nappes unidirectionnelles formées d'éléments
- 25 filamentaires parallèles entre eux, des nappes multidirectionnelles formées par empilement et liaison entre elles (par exemple par aiguilletage) de nappes unidirectionnelles disposées dans des directions différentes, des couches de feutre, ..., les textures bidimensionnelles pouvant être liées les unes aux autres par exemple par aiguilletage ou couture ;
- 30 - des structures multicouches formées au moins en partie par tissage, tricotage ou tressage tridimensionnel de fils ou câbles, la liaison entre les couches de la structure étant réalisée par des fils ou câbles lors du tissage, tricotage ou tressage ;
- des structures formées au moins en partie par des feutres
- 35 épais.

Les textures fibreuses peuvent être sous forme de plaques ou être mises en forme, par exemple par superposition de strates fibreuses sur un support ayant une forme particulière correspondant à celle voulue pour la texture.

5 Lorsque les textures fibreuses sont destinées à la réalisation d'ébauches pour réaliser des pièces en matériau composite thermostuctural, les fibres constituant ces textures sont typiquement en carbone ou en céramique, ou en un précurseur de carbone ou céramique, la transformation du précurseur étant réalisée par traitement thermique à
10 un stade ultérieur à celui de la réalisation de la structure fibreuse.

 Que ce soit pour un renforcement d'une structure fibreuse ou pour une liaison de plusieurs structures fibreuses par le procédé selon l'invention, la ou les structures fibreuses poreuses sont d'abord consolidées.

15 La consolidation est réalisée par dépôt au sein de la structure fibreuse d'un matériau réfractaire liant les fibres de la structure entre elles, de telle sorte que la structure fibreuse peut être aisément manipulée sans être déformée, mais tout en laissant libre la plus grande partie de la porosité initiale de la structure fibreuse.

20 La consolidation consiste donc en une densification partielle conduisant à une réduction de la porosité initiale, cette réduction étant de préférence au plus égale à 40 % de la porosité initiale, typiquement comprise entre 8 % et 40 %.

 Dans le cas d'une structure fibreuse ayant un taux volumique de porosité compris entre 50 % et 70 %, la consolidation conduit
25 typiquement à réduire ce taux à une valeur comprise entre 40 % et 60 %.

 La structure fibreuse consolidée reste donc très poreuse.

 La consolidation peut être effectuée par infiltration chimique en phase vapeur. Dans ce cas, la structure fibreuse, éventuellement placée
30 dans un outillage la maintenant dans la forme voulue, est placée dans un four dans lequel est introduite une phase gazeuse réactionnelle contenant un ou plusieurs précurseurs du matériau déposé pour la consolidation. Dans des conditions de pression et de température particulières déterminées, la phase gazeuse diffuse au sein de la porosité de la
35 structure fibreuse pour y former le dépôt de matériau souhaité par

décomposition d'un constituant de la phase gazeuse précurseur du matériau, ou par réaction entre plusieurs constituants.

Les processus d'infiltration chimique en phase vapeur, pour former un dépôt de matériau réfractaire tel que carbone ou céramique, sont bien connus.

Ainsi, dans le cas du carbone, on peut utiliser une phase gazeuse comprenant du méthane ou du propane ou un mélange des deux, sous une pression inférieure à 25 kPa, et à une température comprise entre 950°C et 1100°C.

Pour un dépôt céramique tel que carbure de silicium (SiC), l'infiltration chimique en phase vapeur est par exemple réalisée à une température d'environ 900°C à 1050°C et sous une pression inférieure à 25 kPa. en utilisant une phase gazeuse réactionnelle contenant du méthyltrichlorosilane (MTS) précurseur de SiC et du gaz hydrogène (H₂). Ce dernier fait fonction de gaz vecteur pour favoriser la diffusion de la phase gazeuse réactionnelle au sein de la structure fibreuse et y former un dépôt SiC par décomposition du MTS. Un procédé de formation de matrice SiC par infiltration chimique en phase vapeur est décrit dans le document US 5 738 908.

Une interphase en carbone pyrolytique (PyC) ou nitrure de bore (BN) peut être formée sur les fibres de la structure fibreuse avant dépôt de la phase de matrice SiC de consolidation. Cette interphase peut être formée par infiltration chimique en phase vapeur comme décrit dans le document US 4 752 503.

La consolidation peut aussi être réalisée par voie liquide.

A cet effet, la structure fibreuse, éventuellement maintenue dans un outillage, est imprégnée par une composition liquide contenant un précurseur du matériau à déposer.

Le précurseur est typiquement une résine. Pour réaliser une consolidation par dépôt de carbone, on utilise une résine organique ayant un taux de coke non nul, par exemple une résine phénolique. Pour réaliser une consolidation par dépôt de céramique, par exemple de SiC, on peut utiliser une résine type polycarbosilane (PCS) ou polytitanocarbosilane (PTCS).

La résine peut être mise en solution dans un solvant approprié, par exemple de l'alcool éthylique pour une résine phénolique ou du xylène pour le PCS ou le PTCS.

5 Après imprégnation, on procède à l'élimination du solvant par séchage, à la réticulation de la résine, et à la transformation de celle-ci en carbone ou céramique par traitement thermique (carbonisation ou céramisation). Ces procédés de mise en place d'un dépôt carbone ou céramique par voie liquide sont bien connus.

10 Afin de limiter la quantité de matériau déposé pour consolidation, l'imprégnation est réalisée avec une résine ayant un taux de résidu solide pas trop élevé après traitement thermique et/ou avec une résine suffisamment diluée dans un solvant. La plus grande partie de la porosité initiale de la structure fibreuse est restituée; pour une fraction, après séchage et réticulation de la résine, puis, pour le reste, après
15 carbonisation ou céramisation.

La figure 1 illustre de façon schématique un mode d'implantation d'épingles dans une structure fibreuse consolidée aux fins de renforcement de cette structure.

20 L'implantation est avantageusement réalisée par un processus du type de celui décrit dans le document WO 97/06948. Comme montré par la figure 1, les épingles 10 à implanter sont préalablement insérées dans un bloc 12 de matériau compressible, par exemple une mousse ou un élastomère. Les aiguilles s'étendent entre deux faces opposées 12a, 12b du bloc 12. Le bloc est amené par l'une 12a de ces faces au contact
25 d'une zone de surface 20a de la structure fibreuse consolidée 20 à renforcer. Un transducteur 14 relié à un générateur d'ultrasons (non représenté) est appliqué avec pression sur l'autre face 12b du bloc 12 de manière à transférer les épingles à travers la structure fibreuse consolidée par application d'énergie ultrasonore et compression du bloc 12.

30 Le processus est répété si nécessaire pour renforcer la structure fibreuse 20 dans sa totalité, ou en partie, selon le besoin en renforcement.

La densité d'implantation est choisie constante ou non selon que l'on souhaite un renforcement homogène ou non de la structure fibreuse.

35 Dans l'exemple illustré, les épingles 10 sont implantées dans une direction normale à la surface 20a de l'ébauche 20.

Les épingles 10 sont par exemple réalisées en un matériau composite obtenu par densification d'un fil ou câble formé de fibres de carbone ou céramique par une matrice carbone ou une matrice organique, cette dernière étant carbonisée lors de l'élévation en température
5 nécessaire pour achever la densification de l'ébauche. La matrice organique est par exemple formée par une résine de type bismaléimide (BMI).

D'autres matériaux peuvent être utilisés pour les épingles, notamment des monofilaments constitués par une âme en fibres de carbone rigidifiée par un revêtement céramique, par exemple SiC, obtenu
10 par dépôt chimique en phase vapeur. On peut aussi utiliser des baguettes en composite C/C ou en CMC, par exemple en composite alumine/alumine.

On notera aussi que les épingles 10 peuvent être implantées dans une direction inclinée d'un angle non nul par rapport à la normale à
15 la surface 20a de la structure fibreuse 20 consolidée, selon la direction de renforcement souhaitée.

On notera encore que des épingles peuvent être implantées dans plusieurs directions différentes. Ainsi, la figure 2 montre une structure fibreuse 20 dans laquelle des épingles 10₁ ont été implantées
20 dans une direction faisant un angle α non nul par rapport à la normale à la surface 20a, et dans laquelle des épingles 10₂ sont en cours d'implantation dans une direction faisant un angle β , différent de α par rapport à la normale à la surface 20a. Dans l'exemple illustré, l'angle β est égal et opposé à α . Outre le renforcement de la structure fibreuse dans
25 des directions privilégiées, l'implantation d'épingles dans des directions différentes peut conférer à celle-ci une résistance accrue au délaminage (séparation entre strates) lorsqu'elle est formée par empilement de strates.

L'implantation dans plusieurs directions différentes peut être
30 réalisée en plusieurs passes successives, comme montré par la figure 2, ou en une seule passe en utilisant un bloc de matériau compressible dans lequel des épingles ont été introduites dans plusieurs directions.

Après implantation des épingles, la structure fibreuse consolidée peut constituer une ébauche pour la fabrication d'une pièce en matériau
35 composite.

A cet effet, l'ébauche est densifiée par une matrice jusqu'à obtenir un degré de densité souhaité.

Pour une pièce en matériau composite thermostuctural, on réalise la densification par une matrice carbone ou céramique.

5 La densification peut être réalisée par infiltration chimique en phase vapeur ou par voie liquide de la même façon que décrit plus haut pour la consolidation.

10 La figure 3 illustre de façon schématique un mode d'implantation d'épingles dans plusieurs structures fibreuses consolidées réunies, aux fins de relier ces structures fibreuses entre elles.

Dans l'exemple de la figure 3, une ébauche fibreuse destinée à la réalisation d'une pièce ayant une fonction de caisson est réalisée par liaison entre elles de deux structures fibreuses consolidées 30, 40.

15 La structure fibreuse 30 est à section en forme de U dont les branches 32, 34 sont prolongées par des ailes 32a, 34a. Elle peut être obtenue par drapage de strates fibreuses sur une forme de profil correspondant. Les strates peuvent être formées de structures fibreuses bidimensionnelles telles que par exemple des couches de tissu, des nappes unidirectionnelles ou multidirectionnelles ou des couches de
20 feutre. Les strates fibreuses, mises en forme et superposées, peuvent être liées entre elles par exemple par aiguilletage ou liage.

En variante, la structure fibreuse 30 peut être obtenue par mise en forme d'un tissu, tricot ou tresse multicouche.

25 La structure fibreuse 30 maintenue dans sa forme éventuellement dans un outillage est consolidée par infiltration chimique en phase vapeur ou par voie liquide comme décrit plus haut.

30 La structure fibreuse 36 est en forme de plaque. Elle peut être obtenue par superposition de strates fibreuses à plat ou par tissage, tricotage ou tréssage tridimensionnel ou encore être formée d'une couche de feutre épais.

La structure fibreuse 36 est consolidée par infiltration chimique en phase vapeur ou par voie liquide comme décrit plus haut.

35 Les structures fibreuses 30, 36 consolidées sont accolées, avec venue de la structure 36 au contact des ailes 32a, 34a. La consolidation des structures fibreuses 30 et 36 pourra avantageusement être réalisée simultanément, les structures fibreuses étant placées l'une contre l'autre.

La liaison entre les structures fibreuses est réalisée par implantation d'épingles 40 à travers les épaisseurs réunies des ailes 32a, 34a et des portions adjacentes de la structure 36.

5 L'implantation est réalisée comme décrit plus haut. Les épingles 40 sont préalablement insérées dans un bloc 42 de matériau compressible tel que mousse ou élastomère. Le bloc 42 est amené par une face 42a au contact de la face 36a de la structure 36 opposée à celle 36b en contact avec les ailes 32a, 34a. Un transducteur 44 relié à un générateur d'ultrasons est appliqué avec pression sur la face 42b du bloc 42 opposée
10 à la face 42a de manière à transférer les épingles 40 à travers les structures 30, 36 par application d'énergie ultrasonore et compression du bloc 42.

Les épingles peuvent être implantées perpendiculairement à la structure fibreuse 36 et aux ailes 32a, 34a comme dans l'exemple illustré,
15 ou dans une direction faisant un angle non nul par rapport à la normale à la structure fibreuse 36.

On peut aussi implanter des épingles dans plusieurs directions différentes.

On notera aussi que les structures fibreuses consolidées 30, 36
20 pourront, avant d'être reliées l'une à l'autre, être renforcées par implantation d'épingles.

Les épingles 40 peuvent être réalisées dans les mêmes matériaux que ceux indiqués plus haut pour les épingles 10, notamment en matériau composite obtenu par densification d'un fil ou câble en fibres
25 de carbone ou de céramique par une matrice organique.

Une ébauche fibreuse de forme complexe peut ainsi être réalisée. On pourra bien entendu relier entre elles plus de deux structures fibreuses pour obtenir une ébauche de forme désirée.

On pourra notamment réaliser une ébauche de pièce formée
30 d'une plaque mince, ou voile, munie de raidisseurs, le voile et chaque raidisseur étant consolidés séparément avant d'être assemblés. Des structures fibreuses à section en U, comme la structure 30 de la figure 3, pourront être utilisées pour les raidisseurs.

Une pièce en matériau composite est ensuite obtenue par
35 densification de l'ébauche fibreuse. La densification, par exemple par une matrice carbone ou céramique peut être réalisée par infiltration chimique

en phase vapeur ou par voie liquide, de la même manière que la consolidation.

Les exemples qui suivent se rapportent à des essais effectués afin de mettre en évidence la capacité du procédé conforme à l'invention à
5 renforcer/liier des structures fibreuses consolidées.

Exemple 1

Deux plaques fibreuses ont été formées chacune par empilement de 5 couches de tissu SiC à armure toile formé de fils SiC tels
10 que commercialisés sous l'appellation "Hi-Nicalon" par la société japonaise Nippon Carbon. Les plaques fibreuses obtenues avaient un taux volumique de porosité égal à environ 60 %.

La consolidation des plaques fibreuses par formation d'une interphase PyC et dépôt de SiC a été réalisée par infiltration chimique en
15 phase vapeur, le taux volumique de porosité après consolidation étant réduit à environ 50 %.

Des épingles ont été fabriquées par rigidification d'un fil SiC de 500 filaments fourni par la société japonaise Nippon Carbon, la rigidification étant réalisée par densification par une résine BMI. Le
20 diamètre des épingles était égal à environ 0,4 mm.

Les épingles ont été implantées à travers les plaques fibreuses consolidées superposées avec une densité de 16 épingles/cm². La photographie de la figure 4 montre la surface de l'ébauche fibreuse obtenue. L'implantation des épingles n'a pas soulevé de difficulté
25 particulière.

L'ébauche munie des épingles a été densifiée par une matrice SiC par infiltration chimique en phase vapeur. Au cours de la montée en température préalable à la densification proprement dite, la matrice BMI des épingles a été carbonisée, les épingles conservant leur intégrité.

30 On a ainsi obtenu une pièce en matériau composite SiC/SiC dans laquelle les couches du tissu SiC de renfort étaient liées par des éléments filamenteux procurant un renfort en direction Z perpendiculaire aux couches de tissu.

La pièce obtenue a été soumise à une contrainte en cisaillement
35 parallèlement aux plans des couches de tissu de renfort. La résistance au cisaillement interlaminaire mesurée était égale à environ 30 MPa.

A titre de comparaison, on a réalisé une pièce à partir d'une ébauche fibreuse formée de 10 couches du même tissu SiC et densifiée de la même façon par une matrice SiC par infiltration chimique en phase vapeur, mais sans implantation d'épingles. La résistance au cisaillement interlaminaire mesurée n'a été que d'environ 20 MPa.

Exemple 2

Une structure fibreuse a été réalisée sous forme d'un tissu multicouches obtenu par tissage tridimensionnel de fil en fibres SiC "Hi-Nicalon" tel que celui utilisé dans l'exemple 1. Le tissu comportait 10 couches et avait un taux volumique de porosité égal à environ 65 %.

La consolidation de la structure fibreuse a été réalisée comme dans l'exemple 1, le taux volumique de porosité après consolidation étant réduit à environ 55 %.

Après consolidation, on a implanté dans la structure fibreuse consolidée des épingles telles que celles de l'exemple 1, avec une densité de 16 épingles/cm².

L'ébauche obtenue a été ensuite densifiée par une matrice SiC par infiltration chimique en phase vapeur.

Exemple 3

On a procédé comme dans l'exemple 2, mais avec une densité d'implantation de 32 épingles/cm².

Exemple 4

On a procédé comme dans l'exemple 2, mais en utilisant des épingles formées de monofilaments de SiC de diamètre égal à environ 0,15 mm et en implantant les épingles avec une densité de 110 épingles/cm².

Exemple 5 (comparatif)

On a procédé comme dans l'exemple 2, mais sans l'étape d'implantation d'épingles.

Le tableau ci-dessous donne les valeurs des résistances au cisaillement interlaminaire mesurées pour les pièces P₂ à P₅ telles qu'obtenues selon les exemples 2 à 5 et des résistances à rupture en

traction en direction Z perpendiculairement aux couches du tissu de renfort mesurées pour les pièces P_3 et P_5 .

Pièce	P_2	P_3	P_4	P_5
Résistance au cisaillement interlaminaire (MPa)	35	45	60	25
Résistance à rupture en traction (MPa)		11		5

- 5 Ces résultats montrent l'amélioration significative apportée à la tenue mécanique des pièces par l'implantation des épingles.

Exemple 6

- 10 Une structure fibreuse a été réalisée sous forme d'un tissu multicouches obtenu par tissage tridimensionnel de fil en fibres de carbone. Le taux volumique de porosité du tissu était d'environ 60 %.

- 15 Une plaque et un raidisseur à section en Ω ont été formés avec le tissu obtenu et consolidés séparément par imprégnation par une résine phénolique, polymérisation de la résine puis carbonisation de celle-ci. Après consolidation, le taux volumique était réduit à environ 50 %.

Les structures consolidées obtenues ont été placées l'une contre l'autre et liées par implantation d'épingles comme décrit en référence à la figure 3.

- 20 On a utilisé des épingles constituées par des monofilaments de SiC, la densité d'implantation étant égale à 110 épingles/cm².

L'ébauche ainsi obtenue a été densifiée par une matrice SiC par infiltration chimique en phase vapeur.

- 25 Cet exemple montre l'intérêt du procédé selon l'invention pour réaliser de façon simple des pièces de forme complexe telles que des pièces formées d'une plaque ou voile muni de raidisseurs.

REVENDICATIONS

1. Procédé de réalisation d'une ébauche fibreuse à partir d'au moins une structure fibreuse poreuse, caractérisé en ce que l'on consolide
5 la structure fibreuse poreuse par formation au sein de celle-ci d'un dépôt d'un matériau réfractaire réalisant une densification partielle de la structure fibreuse de manière à lier les fibres de la structure fibreuse entre elles pour permettre à la structure fibreuse d'être manipulée sans être déformée, tout en laissant libre la plus grande partie de la porosité initiale
10 de la structure fibreuse, et on implante des épingles rigides à travers la structure poreuse consolidée.

2. Procédé de réalisation d'une ébauche fibreuse par liaison entre elles de structures fibreuses poreuses afin d'obtenir une ébauche de forme désirée, caractérisé en ce que l'on consolide chaque structure
15 fibreuse poreuse par formation au sein de celle-ci d'un dépôt d'un matériau réfractaire réalisant une densification partielle de la structure fibreuse de manière à lier les fibres de la structure fibreuse entre elles pour permettre à la structure fibreuse d'être manipulée sans être déformée, tout en laissant libre la plus grande partie de la porosité initiale
20 de la structure fibreuse, on réunit les structures fibreuses consolidées, et on relie celles-ci entre elles par implantation d'épingles en matériau rigide au travers des structures fibreuses consolidées réunies.

3. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que la consolidation de la ou chaque structure fibreuse
25 est réalisée en réduisant la porosité d'une quantité au plus égale à 40 % de sa valeur initiale.

4. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que la consolidation de la ou chaque structure fibreuse est réalisée en réduisant la porosité d'une quantité comprise entre 8 % et
30 40 % de sa valeur initiale.

5. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisé en ce que la ou chaque structure fibreuse utilisée a un taux volumique de porosité compris entre 50 % et 70 % et la consolidation est réalisée pour réduire le taux volumique de porosité jusqu'à une valeur
35 comprise entre 40 % et 60 %.

6. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que la consolidation de la ou chaque structure fibreuse est réalisée par formation d'un dépôt de carbone ou de céramique.

5 7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que la consolidation de la ou chaque structure fibreuse est réalisée par infiltration chimique en phase vapeur.

8. Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que la consolidation de la ou chaque structure fibreuse est réalisée par formation d'un dépôt céramique par infiltration chimique en phase vapeur après
10 formation sur les fibres de la structure fibreuse d'une couche d'interphase entre fibres et dépôt céramique.

9. Procédé selon la revendication 6, caractérisé en ce que la consolidation de la ou chaque structure fibreuse est réalisée par imprégnation par une composition liquide contenant un précurseur de
15 carbone ou céramique, et transformation du précurseur en carbone ou céramique.

10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce que l'on utilise une composition contenant une résine précurseur de carbone ou céramique en solution.

20 11. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que l'on utilise des épingles réalisées par densification et rigidification d'un fil ou câble par une matrice.

12. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisé en ce que l'on utilise des épingles réalisées sous forme de
25 monofilaments rigides.

13. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 11, caractérisé en ce que l'on utilise des épingles sous forme de baguettes en matériau composite thermostuctural.

14. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 13, caractérisé en ce que l'implantation des épingles est réalisée dans au
30 moins deux directions différentes.

15. Procédé de réalisation d'une pièce en matériau composite à renfort fibreux, caractérisé en ce que l'on réalise une ébauche ayant une forme correspondant à celle de la pièce à réaliser par un procédé selon
35 l'une quelconque des revendications 1 à 14 et on réalise ensuite une

densification de l'ébauche par dépôt d'une matrice au sein de la porosité restante de la ou chaque structure fibreuse consolidée.

1/1

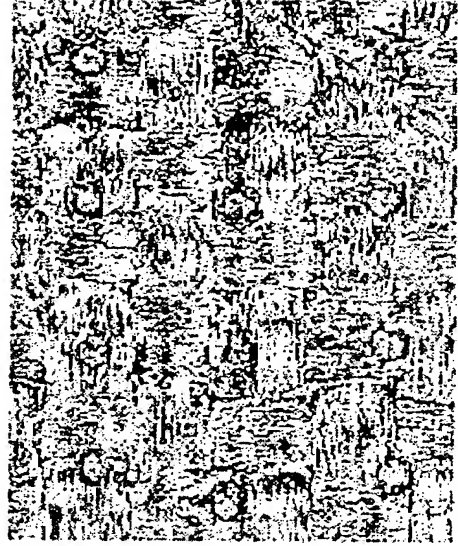
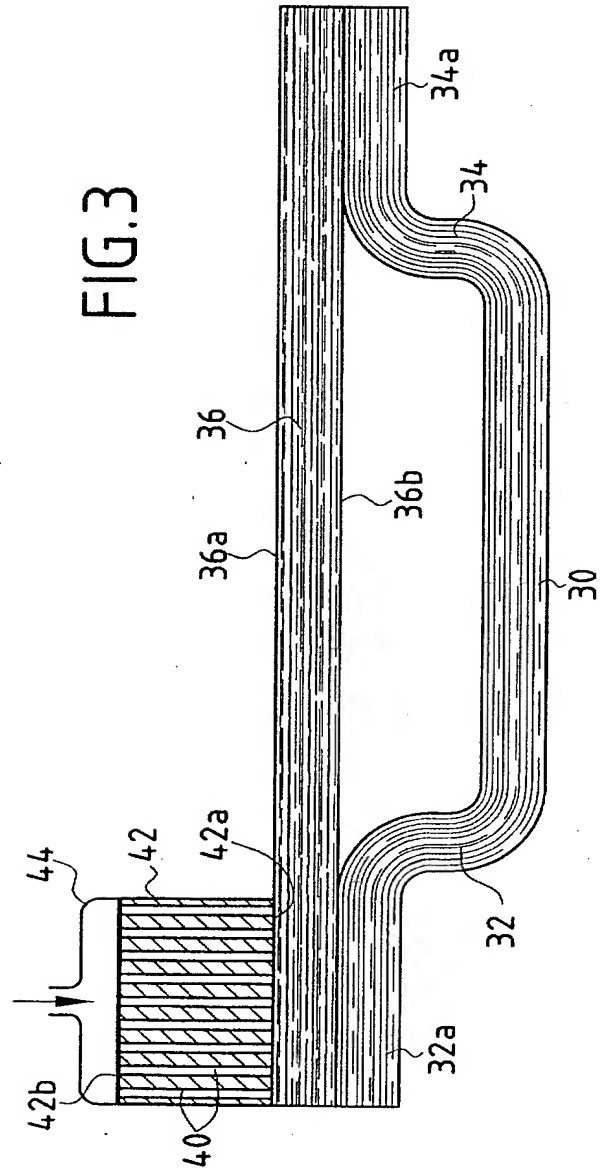
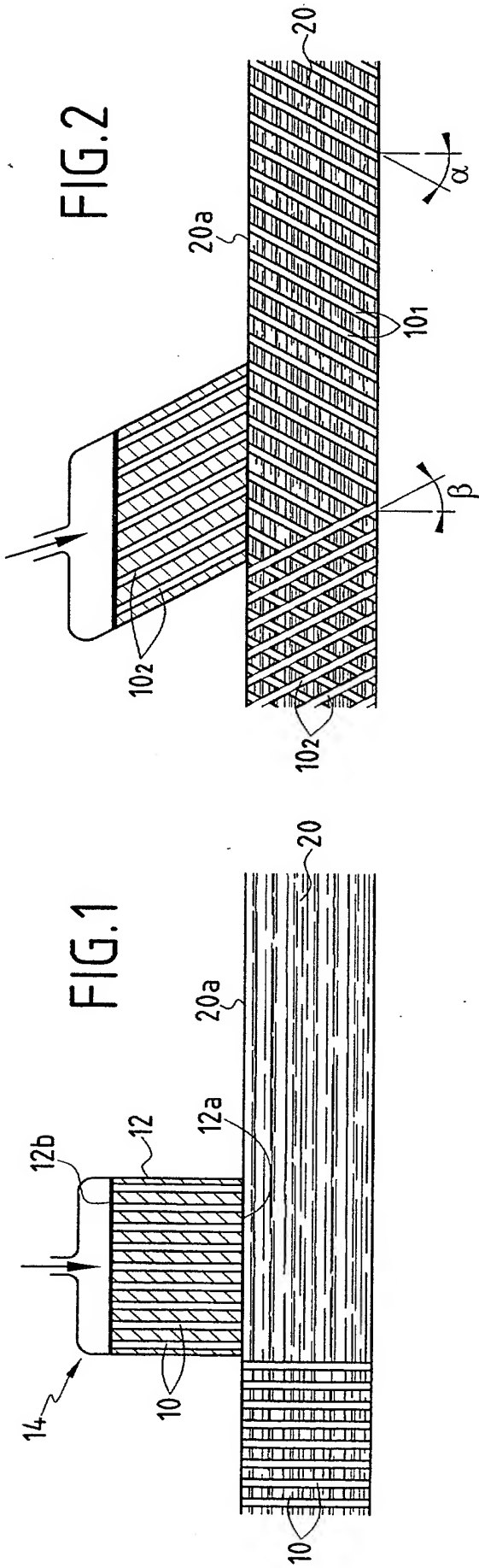


FIG. 4



BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11235°02

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08


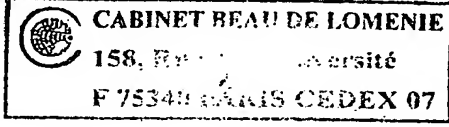
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1. / 2..

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 260899

Vos références pour ce dossier (facultatif)		1H272700 0658FR/JJJ/AL	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		03 02614	
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) "REALISATION D'UNE PREFORME PAR RENFORCEMENT D'UNE STRUCTURE FIBREUSE ET/OU PAR LIAISON ENTRE ELLES DE STRUCTURES FIBREUSES ET APPLICATION A LA REALISATION DE PIECES EN MATERIAU COMPOSITE"			
LE(S) DEMANDEUR(S) : SNECMA PROPULSION SOLIDE			
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		BOUILLON	
Prénoms		Eric	
Adresse	Rue	63, rue Bourbaki	
	Code postal et ville	33400	TALENCE
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom		COUPE	
Prénoms		Dominique	
Adresse	Rue	70 avenue de Paris - Parc Ste Christine	
	Code postal et ville	33185	LE HAILLAN
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom		BOUVIER	
Prénoms		Rémi, Pierre, Robert	
Adresse	Rue	Résidence la Jardinelles - Appt 42, 2C rue des Violettes	
	Code postal et ville	33700	MERIGNAC
Société d'appartenance (facultatif)			
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) Paris, le 09 mai 2003 CABINET BEAU DE LOMENIE Jean-Jacques JOLY CPI N° 92-1123		Paris, le 09 mai 2003  Jean-Jacques JOLY 	



BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg

75800 Paris Cedex 08


Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 2.. / 2..

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 260899

Vos références pour ce dossier (facultatif)		1H272700 0658FR/JJJ/AL	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		03 02614	
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) "REALISATION D'UNE PREFORME PAR RENFORCEMENT D'UNE STRUCTURE FIBREUSE ET/OU PAR LIAISON ENTRE ELLES DE STRUCTURES FIBREUSES ET APPLICATION A LA REALISATION DE PIECES EN MATERIAU COMPOSITE"			
LE(S) DEMANDEUR(S) : SNECMA PROPULSION SOLIDE			
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		PHILIPPE	
Prénoms		Eric	
Adresse	Rue	20, avenue Victoria	
	Code postal et ville	33700	MERIGNAC
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance (facultatif)			
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire) Paris, le 09 mai 2003 CABINET BEAU DE LOMENIE Jean-Jacques JOLY CPI N°92-1123		Paris, le 09 mai 2003  Jean-Jacques JOLY 